



A35001-PCT-USA-A - 071986.0231  
PATENT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant : Hartmut Rüf

Serial No. : 10/071,723 Examiner: Not Yet Assigned

Filed : February 8, 2002 Group Art Unit: 1732

**SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENT**

**EXPRESS MAIL NO.: ET346778069US**

Assistant Commissioner for Patents  
Washington, D.C. 20221

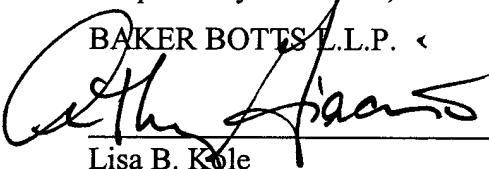
Sir:

There is submitted herewith a certified copy of Austrian application Serial No. A 1376/99 filed August 10, 1999 to which priority has previously been claimed in this application.

Applicant believes no fee is required. However, in the event a fee is required the Commissioner is hereby authorized to charge payment of any fee associated with this communication to Deposit Account No. 02-4377. Two copies of this sheet are enclosed.

Respectfully submitted,

BAKER BOTTS L.L.P. <

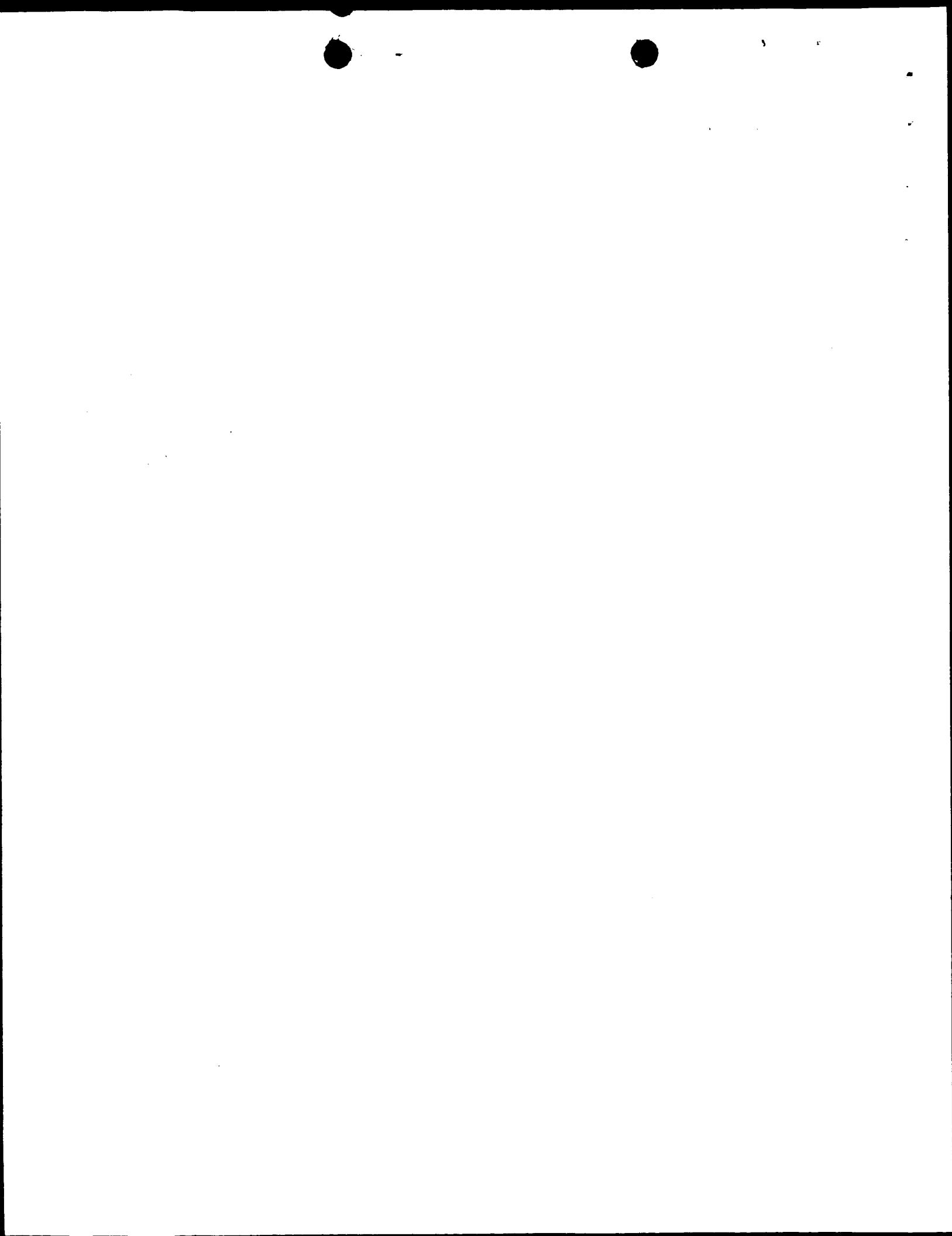
  
Lisa B. Kole  
Patent Office Reg. No. 35,225

Anthony Giaccio  
Patent Office Reg. No. 39,684

Attorneys for Applicant  
(212) 408-2500

Dated: June 24, 2002

RECEIVED  
JUN 28 2002  
TC 1700





**ÖSTERREICHISCHES PATENTAMT**  
A-1014 WIEN, KOHLMARKT 8 – 10

Schriftengebühr € 65,00

Aktenzeichen **A 1376/99**

Das Österreichische Patentamt bestätigt, dass

**die Firma Lenzing Aktiengesellschaft  
in A-4860 Lenzing, Wekstraße 2  
(Oberösterreich),**

am **10. August 1999** eine Patentanmeldung betreffend

**"Gefärbte cellulösische Formkörper",**

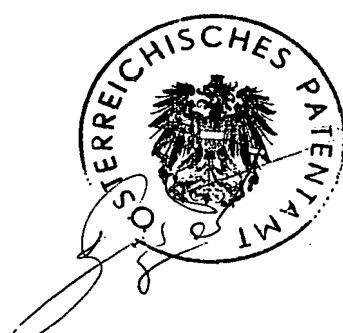
überreicht hat und dass die beigeheftete Beschreibung samt Zeichnungen mit der ursprünglichen, zugleich mit dieser Patentanmeldung überreichten Beschreibung samt Zeichnungen übereinstimmt.

**RECEIVED**  
JUN 28 2002  
**TC 1700**

Österreichisches Patentamt  
Wien, am 31. Jänner 2002

Der Präsident:

i. A.



**K. BRUNZAK**

ÖSTERREICHISCHES PATENTAMT  
Verwaltungsstellen-Direktion

€ 15,- (S 206,40)

Kanzleigebühr bezahlt.

Balaam

Patentanwalt Dr. Albin Schwarz  
Patentanwalt Dipl.-Ing. Helmut Kopecky  
Wipplingerstraße 32/22, A-1010 Wien

(51) Int. Cl.:

Urtext

L 317-3982

A 1376/99-1

AT PATENTSCHRIFT

⑪ Nr.

⑦3 Patentinhaber: Lenzing Aktiengesellschaft  
A-4860 Lenzing (AT)

⑦4 Gegenstand : Gefärbte cellulösische Formkörper

⑥1 Zusatz zu Patent Nr.

⑥7 Umwandlung aus GM

⑥2 Ausscheidung aus :

② ②1 Angemeldet am: 10. Aug. 1999

③3 ③2 ③1 Unionspriorität :

④2 Beginn der Patentdauer:

Längste mögliche Dauer:

④5 Ausgegeben am :

⑦2 Erfinder :

⑥0 Abhängigkeit:

⑤6 Entgegenhaltungen, die für die Beurteilung der Patentierbarkeit in Betracht gezogen wurden:

## 020251

### GEFÄRBTE CELLULOSISCHE FORMKÖRPER

Die vorliegende Erfindung betrifft neue gefärbte cellulosische Formkörper und ein Verfahren zur Herstellung dieser Formkörper.

Der Begriff "Formkörper" soll für die Zwecke der vorliegenden Beschreibung und Patentansprüche insbesondere Fasern und Folien bedeuten. Wenn im folgenden "Fasern" genannt werden, so sind damit Fasern, Folien und auch andere Formkörper gemeint.

Synthesefasern wie Polyamid und Polyester sowie Viskosefasern werden heute routinemäßig spinnmassengefärbt. Zur Spinnfärbung werden ausschließlich Pigmente eingesetzt, die meist in Form von Granulatmarken oder Teigwaren in den Handel kommen.

Im allgemeinen werden Pigmente in der Polymerschmelze oder -masse dispergiert. Bei der Viskosespinnfärbung werden die Pigmentpräparationen entweder portionsweise oder zur Hauptviskoseleitung zudosiert.

Die Vorteile einer Spinnfärbung sind unter anderem:

- Es können große Chargen mit gleichem Farbton erzielt werden.
- Die Färbung weist hohe Naßechtheiten auf.
- Der herkömmliche Färbe Prozeß entfällt, dadurch ergibt sich eine Energieeinsparung, eine Rohstoffeinsparung (Chemikalien, Wasser) und eine geringere Abwasserbelastung.
- Es tritt kein Farbstoffverlust auf.
- Die Spleißproblematik beim Färben (Streifigkeit) entfällt.
- Es wird eine homogene Farbstoffverteilung in der Faser und damit eine gleichmäßige Durchfärbung erzielt.
- Bei einer Spinndosierung sind schnelle Farbtonwechsel möglich.

Als Alternative zum Viskoseverfahren wurden in den letzten Jahren eine Reihe von Verfahren beschrieben, bei denen Cellulose ohne Bildung eines Derivats in einem organischen Lösungsmittel, einer Kombination eines organischen Lösungsmittels mit einem organischen Salz oder in wässrigen Salzlösungen gelöst wird. Cellulosefasern, die aus solchen Lösungen hergestellt werden, erhielten von der BISFA (The International Bureau for the Standardisation of man made Fibres) den Gattungsnamen Lyocell. Als Lyocell wird von der BISFA eine Cellulosefaser definiert, die durch ein Spinnverfahren aus einem organischen Lösungsmittel

00:22:25 1

erhalten wird. Unter "organischem Lösungsmittel" wird von der BISFA ein Gemisch aus einer organischen Chemikalie und Wasser verstanden.

Ein bekanntes Verfahren zur Herstellung von Lyocell-Fasern ist das sogenannte Aminoxidverfahren. Dabei wird aus einer Suspension von Cellulose in einem wässrigen tertiären Aminoxid, vorzugsweise N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO), durch Abdampfen von überschüssigem Wasser eine Lösung von Cellulose gebildet, welche durch eine Spinndüse extrudiert wird. Die gebildeten Filamente werden über einen Luftspalt in ein Fällbad geführt, gewaschen und getrocknet. Ein solches Verfahren ist z.B. in der US-A - 4 246 221 beschrieben.

Aufgrund der prinzipiellen Vorteile einer Spinnfärbung ist auch die Entwicklung von Spinnfärbeverfahren für Lyocell-Fasern versucht worden. Dabei hat sich gezeigt, daß die Verwirklichung einer Spinnfärbung im Aminoxidverfahren mit mehreren Problemen behaftet ist.

So kann es aufgrund der Kreislaufführung im Aminoxidverfahren zur Anreicherung von Pigmenten, Farbstoffen und Additiven (z.B. aus Pigmentpräparationen) kommen. Auch ergibt sich aufgrund der thermischen Instabilität der Cellulose-Aminoxid-Lösungen eine sehr enge Farbmittelauswahl. Ferner müssen durch agglomerierte Pigmentteilchen auftretende Spinnprobleme berücksichtigt werden.

Das österreichische Gebrauchsmuster AT-GM - 002 207 U1 lehrt, daß für eine Spinnfärbung von Lyocellfasern geeignete Farbmittel in der Celluloselösung zu mehr als 95 Masse%, bezogen auf ursprünglich eingesetztes Farbmittel bzw. Farbmittelvorstufe unlöslich sein müssen und metallhaltige Farbmittel der Suspension vor der Lösungsherstellung nicht zugegeben werden sollten, jedoch durchaus, sofern eine ausreichende Unlöslichkeit gegeben ist, der Spinnlösung zugegeben werden können.

In der Tabelle 1 der AT-GM - 002 207 U1 ist als unlösliches Pigment das Farbmittel Sandorin Blue 2 GLS20 genannt. Dieses Farbmittel enthält das Schwermetall Kupfer.

Untersuchungen der Erfinder der vorliegenden Erfindung haben ergeben, daß solche Pigmente trotz an sich ausreichender Unlöslichkeit für den Einsatz im Aminoxid aufgrund der Herabsetzung der thermischen Stabilität der Celluloselösung nicht geeignet sind. Es besteht aber das Bedürfnis, zur Spinnfärbung im Aminoxidverfahren Farbmittel aus dem großen Bereich der schwermetallhaltigen Farbmittel verwenden zu können.

0223251

Klassische anorganische Pigmente im Gelb- und Orangebereich, die ökologisch bedenklich sind, sind Cadmiumsulfid und Bleichromat. Andere Pigmente sind ökologisch unbedenklich, wie z.B. die natürlichen und synthetischen Eisenoxide, die im Farbbereich Gelb/Rot/Braun bis Schwarz in großem Umfang eingesetzt werden. Es ist jedoch bekannt, daß Eisen in drastischer Weise die Thermostabilität von Cellulose-Aminoxid-Lösungen verringert.

Es ist bekannt, Titandioxid in Cellulosefasern einzusetzen. Titandioxid wird bei Cellulosefasern jedoch im Gegensatz etwa zur Verwendung bei Farben und Lacken in der Anstrichindustrie nicht als Farbmittel (Weißpigment), sondern zur Mattierung, d.h. zur Verminderung von Glanz, eingesetzt. Eine solche Verwendung von Titandioxid beim Aminoxid-Verfahren wird in der WO-A - 96/27638 beschrieben.

Die vorliegende Erfindung stellt sich die Aufgabe, gefärbte cellulose Formkörper, insbesondere in den Farbbereichen Gelb, Orange, Rot und Braun zur Verfügung zu stellen, die durch Spinnfärbung mit schwermetallhaltigen Farbmitteln nach dem Aminoxidverfahren hergestellt werden können.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß zur Spinnfärbung ein Farbmittel eingesetzt wird, welches gemäß dem unten beschriebenen Themostabilitätstest die Anstiegstemperatur der Formmasse bzw. Spinnmasse, d.h. der Lösung von Cellulose in dem tertiären Aminoxid, um maximal 10 °C, insbesondere um maximal 5 °C, herabsetzt. Es hat sich gezeigt, daß selbst schwermetallhaltige Farbmittel im Aminoxidverfahren eingesetzt werden können, sofern sie dieses Kriterium erfüllen.

Die erfindungsgemäßen gefärbten cellulosischen Formkörper enthalten das schwermetallhaltige Farbmittel vorzugsweise zu 0,20 bis 10 Masse%, insbesondere zu 2,0 bis 5,0 Masse%, bezogen auf die Cellulose.

Als Farbmittel eignet sich insbesondere eines auf Basis von Titanoxid oder Spinell ( $MgAl_2O_4$ ), wobei das Titan teilweise bzw. das Magnesium teilweise oder ganz durch ein oder mehrere Schwermetall(e) ersetzt ist.

Die Erfindung beruht ferner auf der überraschenden Erkenntnis, daß bestimmte anorganische Buntpigmente aus der Gruppe der sogenannten "komplexen anorganischen Buntpigmente", die Schwermetalle enthalten, die Thermostabilität der Aminoxid-Cellulose-Lösung nicht beeinträchtigen und sich daher zum Einsatz im Aminoxid-Verfahren sehr gut eignen.

002251

Insbesondere läßt sich mit solchen Farbmitteln das oben geschilderte Problem der Gelbtonfärbung lösen.

Aufgrund des bekannten Standes der Technik mußte eigentlich davon ausgegangen werden, daß alle Schwermetalle, deren Ionen zwei oder mehr Oxidationsstufen aufweisen, im Aminoxidverfahren einen negativen Einfluß auf die Thermostabilität des Systems ausüben. Da dieser Einfluß auf die Thermostabilität ein katalytischer ist und Katalyse - wie bekannt - durch sehr geringe Konzentrationen an katalytisch wirksamem Agens hervorgerufen werden kann, war die Verwendbarkeit einer Substanzklasse, die Schwermetalle enthält, als Farbmittel zur Spinnfärbung im Aminoxidverfahren völlig unerwartet.

Nach H. Endriß, "Aktuelle anorganische Bunt-Pigmente" (Curt R. Vincentz Verlag, Hannover, 1997) werden die komplexen anorganischen Buntpigmente in zwei Gruppen unterteilt:

- Rutil-Pigmente:

Dies sind Titanoxide, bei denen Titan teilweise durch Schwermetalle ersetzt ist.

- Spinell-Pigmente:

Darunter fallen zahlreiche Verbindungen des prinzipiellen Aufbaus  $A\text{-}B_2\text{-}O_4$ . Zahlreiche dieser Pigmente, wie z.B. solche vom Typ  $A\text{-}Fe_2\text{-}O_4$ , eignen sich nicht für das Aminoxidverfahren.

Es hat sich jedoch überraschenderweise gezeigt, daß Pigmente auf Basis von Spinell ( $MgAl_2O_4$ ), in welchen das Mg teilweise oder aber auch ganz durch farbgebende Schwermetalle ersetzt ist, sich gut für das Aminoxidverfahren eignen. Das Wort "Spinell" bezeichnet hier und generell im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung das durch die chemische Formel  $MgAl_2O_4$  charakterisierte Mineral Spinell.

Das oder die Schwermetall(e) sind zweckmäßig aus der Gruppe bestehend aus Nickel, Chrom, Mangan, Antimon und Kobalt ausgewählt und liegen vorzugsweise in oxidischer Form vor.

Bei den mit Schwermetalloxiden dotierten Titanoxiden handelt es sich bevorzugt um sogenannte Rutil-Pigmente. Bei den Rutil-Pigmenten nimmt das Rutilgitter des Titandioxids Nickel(II)-oxid oder Chrom(III)-oxid oder Mangan(II)-oxid auf, und zwar als farbgebende Komponente, sowie beispielsweise Antimon(V)-oxid oder Niob(V)-oxid zum

029251

Wertigkeitsausgleich, so daß eine mittlere Wertigkeit von vier, wie beim Titan, erreicht wird (F. Hund, Angew. Chemie 74, 23 (1962)).

Bevorzugte Ausführungsformen der erfindungsgemäßen gefärbten cellulosischen Formkörper sind daher dadurch gekennzeichnet, daß sie ein Farbmittel auf Basis von Titanoxid enthalten, wobei das Titanoxid teilweise durch Nickel(II)-oxid, Chrom(III)-oxid oder Mangan(II)-oxid und durch Antimon(V)-oxid ersetzt ist.

Bei einer weiteren bevorzugten Ausführungsform enthalten die cellulosischen Formkörper ein Farbmittel auf Basis von Spinell ( $MgAl_2O_4$ ), wobei das Magnesium teilweise oder ganz durch Kobalt ersetzt ist.

Die Metalloxide verlieren beim Einbau in das Wirtsgitter ihre ursprünglichen chemischen, physikalischen und physiologischen Eigenschaften. Nickeltitangelb ist ein zitronengelbes Pigment. Chromtitangelb variiert in der Farbe vom leichten bis mittleren Ocker, je nach Brenntemperatur und Teilchengröße. Nähere Informationen zu den erfindungsgemäß verwendeten Pigmenten sind in H. Endriß, "Aktuelle anorganische Bunt-Pigmente" (siehe oben) enthalten.

Geeignete Pigmente dieser Art sind im folgenden mit ihren Colour Indices beispielhaft angeführt. Solche Pigmente werden beispielsweise von der Firma BASF Aktiengesellschaft, Ludwigshafen, BRD unter den unten angeführten Handelsnamen hergestellt:

<u>Colour Index (CI) Pigment</u>	<u>Dotierung des Titandioxids</u>	<u>BASF-Handelsname</u>
CI Pigment Yellow 53/77788	Nickel/Antimon	Sicotan Gelb K 1011
CI Pigment Yellow 24/77310	Chrom/Antimon	Sicotan Gelb K 2001 FG
CI Pigment Yellow 24/77310	Chrom/Antimon	Sicotan Gelb K 2011
CI Pigment Yellow 24/77310	Chrom/Antimon	Sicotan Gelb K 2107
CI Pigment Yellow 24/77310	Chrom/Antimon	Sicotan Gelb K 2112
CI Pigment Yellow 164/77899	Mangan/Antimon	Sicotan Braun K 2711

Die genannten Pigmente sind trotz hoher Schwermetallgehalte toxikologisch einwandfrei. Chrom/Nickel/Mangan/Antimon sind im Pigment nicht bioverfügbar. Die Pigmente sind daher auch zur Verwendung für Lebensmittelverpackungen zugelassen.

Der erfindungsgemäße gefärbte cellulosische Formkörper ist vorzugsweise eine Faser oder eine Folie und ist vorzugsweise nach einem Aminoxidverfahren hergestellt.

0000251

Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen gefärbten cellullosischen Formkörper, bei dem eine Celluloselösung in einem wässerigen tertiären Aminoxid unter Verwendung eines Formwerkzeuges, insbesondere einer Spinndüse, geformt und über einen Luftspalt in ein Fällbad geführt wird, um die gelöste Cellulose auszufallen, wobei der Celluloselösung und/oder einem Vorläufer der Celluloselösung ein Farbmittel zugegeben wird, und ist dadurch gekennzeichnet, daß ein schwermetallhaltiges Farbmittel zugegeben wird, welches gemäß dem unten beschriebenen Thermostabilitätstest die Anstiegstemperatur der Lösung von Cellulose in dem tertiären Aminoxid um maximal 10 °C, insbesondere um maximal 5 °C, herabsetzt.

Bevorzugt wird im erfindungsgemäßen Verfahren ein Farbmittel auf Basis von Titanoxid oder Spinell ( $MgAl_2O_4$ ) zugegeben, wobei das Titan teilweise bzw. das Magnesium teilweise oder ganz durch ein oder mehrere Schwermetall(e) ersetzt ist.

Die Erfindung betrifft ferner die Verwendung eines schwermetallhaltigen Farbmittels, welches gemäß dem unten beschriebenen Thermostabilitätstest die Anstiegstemperatur einer Lösung von Cellulose in einem tertiären Aminoxid um maximal 10 °C, insbesondere um maximal 5 °C, herabsetzt, als Farbmittel für cellulose Formkörper.

Bevorzugt wird Titanoxid oder Spinell ( $MgAl_2O_4$ ) als Farbmittel für cellulose Formkörper verwendet, wobei das Titan teilweise bzw. das Magnesium teilweise oder ganz durch ein oder mehrere Schwermetall(e) ersetzt ist.

Die vorliegende Erfindung wird im folgenden anhand von Beispielen noch näher erläutert.

#### Beispiel 1

Einfluß verschiedener erfindungsgemäß verwendeter Farbstoffe auf die Thermostabilität von NMMO-Spinnmassen

Untersuchte Farbstoffe:

- A: CI Pigment Yellow 53/77788 (Sicotan Gelb K 1011)
- B: CI Pigment Yellow 24/77310 (Sicotan Gelb K 2011),
- C: CI Pigment Yellow 164/77899 (Sicotan Braun K 2711)

022251

D: CI Pigment Blue 28/77346 (Sicopal Blau K 6310; Hersteller: BASF AG, Ludwigshafen, BRD); ein Spinellpigment auf Basis von  $MgAl_2O_4$ , in welchem Magnesium vollständig durch Kobalt ersetzt ist.

Versuchsdurchführung (Thermostabilitätstest):

Die Versuche wurden mit einem Sikarex-Gerät (Sikarex TSC 512, Hersteller: System-Technik AG, Rüschlikon, Schweiz) durchgeführt. Dabei wird die NMNO-Spinnmasse am Sikarex mittels eines definierten Temperaturprogramms thermisch belastet, bis eine exotherme Reaktion (Zersetzung der Spinnmasse) eintritt.

11,5 g fein gemahlene Spinnmasse aus 13,5 Gew.-% Cellulose, 75 Gew.-% NMNO und 11,5 Gew.-% Wasser, die jeweils mit 5 Gew.-% Farbstoff A, B, C oder D, bezogen auf Cellulose, homogen versetzt war, wurde in den Glaseinsatz für das Sikarex-Druckgefäß eingewogen und am Sikarex einem isothermen Stufenexperiment unterzogen. Dabei wurde in der 1. Stufe mit einer Heizrate von 60 °C/h auf 90 °C aufgeheizt, gefolgt von einer Stabilisierungsphase, in der auf eine Heizrate von 6 °C/h umgestellt wurde. In weiterer Folge wurde mit dieser Heizrate in einer 2. Stufe auf 180 °C aufgeheizt. Die Temperatur der Spinnmasse im Sikarex wurde ebenfalls gemessen.

Zu Vergleichszwecken wurde auch eine NMNO-Spinnmasse E, die nicht mit Farbstoff versetzt war, unter den gleichen Bedingungen am Sikarex untersucht (Blindwert).

Die gemessenen Temperaturverläufe für die verschiedenen Spinnmassen A-E sind in Fig. 1 dargestellt, wobei auf der Abszisse die Temperatur T des Heizmantels in °C und auf der Ordinate die Temperaturdifferenz  $\Delta T$  zwischen Probe und Heizmantel in °C aufgetragen sind.

Unter dem Begriff "Anstiegstemperatur" wird nun jene Temperatur des Heizmantels verstanden, bei der die Temperatur der Spinnmasse aufgrund exothermer Reaktionen um 10 °C höher als die Temperatur des Heizmantels liegt. Die Spinnmasse ohne Farbmittelzusatz (Kurve E) besitzt eine Anstiegstemperatur von etwa 165 °C. Der Zusatz der Farbstoffe A, B, C und D setzte die Anstiegstemperatur der Spinnmasse nur um etwa 2 °C herab.

Die Ergebnisse zeigen, daß die Thermostabilität einer Cellulose-NMNO-Spinnmasse durch die Zugabe von jeweils 5% eines der erfindungsgemäß verwendeten Farbstoffen nicht beeinflußt wird.

00:00:05 1

### Beispiel 2

Die Vorgangsweise entsprach jener von Beispiel 1, jedoch wurden anstelle der erfundungsgemäß verwendeten Farbstoffe folgende anderen schwermetallhaltigen Pigmente eingesetzt:

F: Wismutvanadat - CI Pigment Yellow 184 (Sicopal Gelb K 1160 FG)

G: Kupfer-Phthalocyanin - CI Pigment Blue 15:3 (Aquaninblue 3 G; Hersteller: Tennants Textile Colours Ltd.. Belfast, Nordirland)

Die Ergebnisse sind in Fig. 2 dargestellt, wobei auf der Abszisse die Manteltemperatur T in °C und auf der Ordinate die Temperaturdifferenz  $\Delta T$  zwischen Probe und Mantel in °C aufgetragen sind.

Aus Fig. 2 ist ersichtlich, daß die Farbmittel F und G die Anstiegstemperatur der Spinnmasse von 165 °C (Kurve E) auf 150 °C (Kurve F) bzw. 149 °C (Kurve G) herabsetzen. Sie setzen die Anstiegstemperatur um 15 °C bzw. 16 °C herab. Die untersuchten Pigmente katalysieren also im Gegensatz zu den erfundungsgemäß eingesetzten Pigmenten den thermischen Abbau der Spinnmasse und sind deshalb als Farbstoff im Aminoxid-Cellulose-System nicht geeignet.

### Beispiel 3

Die mit Farbstoff A, B, C oder D versetzten Spinnmassen gemäß Beispiel 1 wurden bei 115 °C zu Fasern mit 1,7 dtex versponnen. Es wurden bei gutem Spinnverhalten zitronengelbe Fasern (Farbstoff A), ockergelbe Fasern (Farbstoff B), braune Fasern (Farbstoff C) und blaue Fasern (Farbstoff D) erhalten.

01291251

Patentansprüche:

1. Gefärbter cellulosischer Formkörper, dadurch gekennzeichnet, daß er ein schwermetallhältiges Farbmittel enthält, welches gemäß dem oben beschriebenen Thermostabilitätstest die Anstiegstemperatur der cellulischen Formmasse um maximal 10 °C, insbesondere um maximal 5 °C, herabsetzt.
2. Gefärbter cellulosischer Formkörper nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß er das schwermetallhältige Farbmittel zu 0,20 bis 10 Masse%, vorzugsweise 2,0 bis 5,0 Masse%, bezogen auf die Cellulose, enthält.
3. Gefärbter cellulosischer Formkörper nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß er ein Farbmittel auf Basis von Titanoxid oder Spinell ( $MgAl_2O_4$ ) enthält, wobei das Titan teilweise bzw. das Magnesium teilweise oder ganz durch ein oder mehrere Schwermetall(e) ersetzt ist.
4. Gefärbter cellulosischer Formkörper nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das(die) Schwermetall(e) aus der Gruppe bestehend aus Nickel, Chrom, Mangan, Antimon und Kobalt ausgewählt ist(sind).
5. Gefärbter cellulosischer Formkörper nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das(die) Schwermetall(e) in oxidischer Form vorliegt(vorliegen).
6. Gefärbter cellulosischer Formkörper nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß er ein Farbmittel auf Basis von Titanoxid enthält, wobei das Titanoxid teilweise durch Nickel(II)-oxid und Antimon(V)-oxid ersetzt ist.
7. Gefärbter cellulosischer Formkörper nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß er ein Farbmittel auf Basis von Titanoxid enthält, wobei das Titanoxid teilweise durch Chrom(III)-oxid und Antimon(V)-oxid ersetzt ist.
8. Gefärbter cellulosischer Formkörper nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß er ein Farbmittel auf Basis von Titanoxid enthält, wobei das Titanoxid teilweise durch Mangan(II)-oxid und Antimon(V)-oxid ersetzt ist.

000251

9. Gefärbter cellulosischer Formkörper nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß er ein Farbmittel auf Basis von Spinell ( $MgAl_2O_4$ ) enthält, wobei das Magnesium teilweise oder ganz durch Kobalt ersetzt ist.
10. Gefärbter cellulosischer Formkörper nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß er eine Faser oder eine Folie ist.
11. Gefärbter cellulosischer Formkörper nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß er durch ein Aminoxidverfahren hergestellt ist.
12. Verfahren zur Herstellung gefärbter cellulosischer Formkörper nach einem der Ansprüche 1 bis 11, bei dem eine Celluloselösung in einem wässrigen tertiären Aminoxid unter Verwendung eines Formwerkzeuges, insbesondere einer Spindüse, geformt und über einen Luftspalt in ein Fällbad geführt wird, um die gelöste Cellulose auszufallen, wobei der Celluloselösung und/oder einem Vorläufer der Celluloselösung ein Farbmittel zugegeben wird, dadurch gekennzeichnet, daß ein schwermetallhaltiges Farbmittel zugegeben wird, welches gemäß dem oben beschriebenen Thermostabilitätstest die Anstiegstemperatur der Lösung von Cellulose in dem tertiären Aminoxid um maximal 10 °C, insbesondere um maximal 5 °C, herabsetzt.
13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß ein Farbmittel auf Basis von Titanoxid oder Spinell ( $MgAl_2O_4$ ) zugegeben wird, wobei das Titan teilweise bzw. das Magnesium teilweise oder ganz durch ein oder mehrere Schwermetall(e) ersetzt ist.
14. Verwendung eines schwermetallhaltigen Farbmittels, welches gemäß dem oben beschriebenen Thermostabilitätstest die Anstiegstemperatur einer Lösung von Cellulose in einem tertiären Aminoxid um maximal 10 °C, insbesondere um maximal 5 °C, herabsetzt, als Farbmittel für cellulatische Formkörper.
15. Verwendung von Titanoxid oder Spinell ( $MgAl_2O_4$ ), wobei das Titan teilweise bzw. das Magnesium teilweise oder ganz durch ein oder mehrere Schwermetall(e) ersetzt ist, als Farbmittel für cellulatische Formkörper.

0211251

## Zusammenfassung

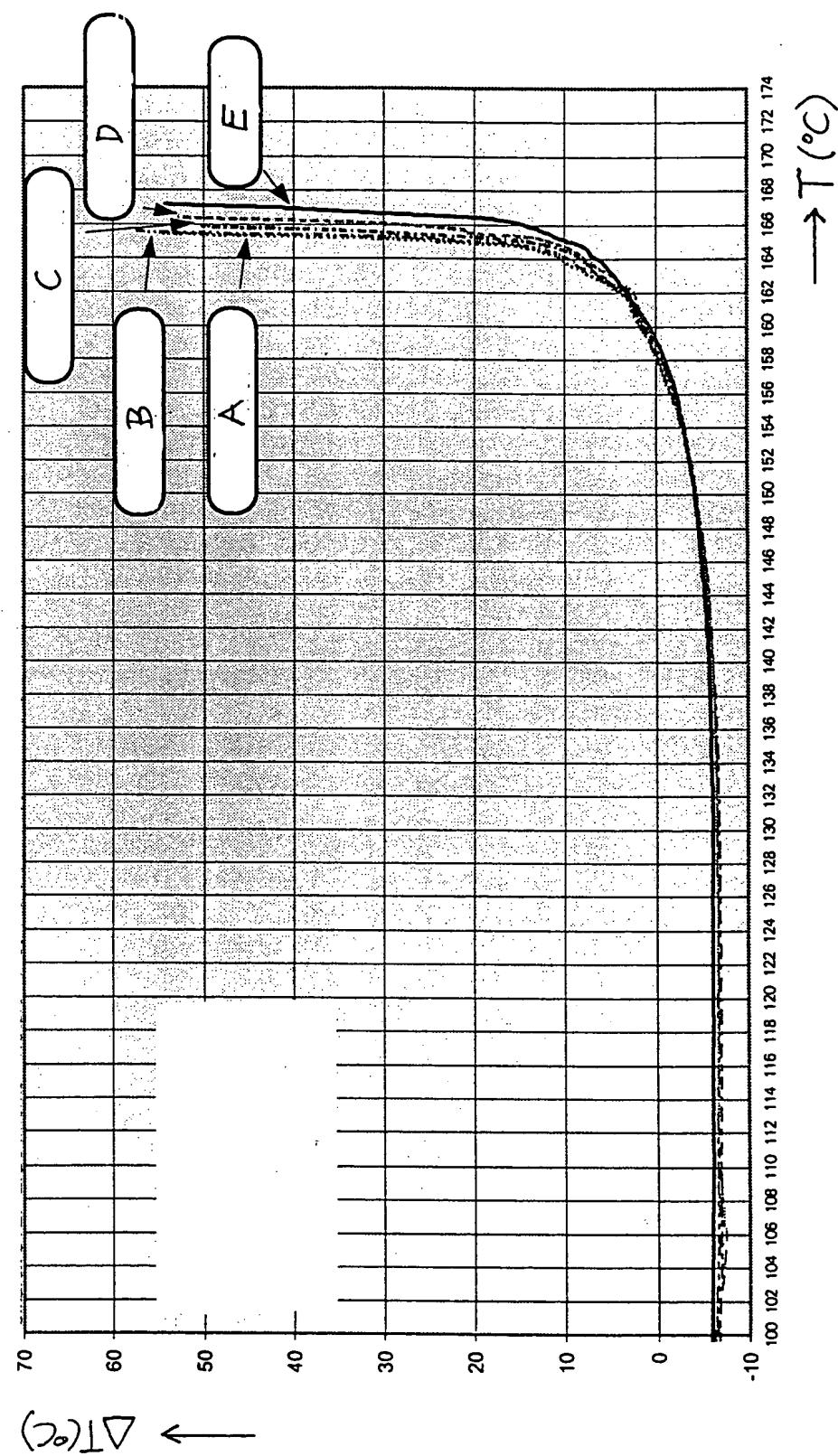
Die vorliegende Erfindung betrifft neue gefärbte cellulosische Formkörper, insbesondere Fasern oder Folien, die ein schwermetallhaltiges Farbmittel enthalten, welches gemäß dem oben beschriebenen Thermostabilitätstest die Anstiegstemperatur einer Lösung von Cellulose in einem tertiären Aminoxid um maximal 10 °C, insbesondere um maximal 5 °C, herabsetzt. Die erfindungsgemäßen Formkörper können nach dem Aminoxidverfahren hergestellt werden (Fig. 1).

A1376/99-9

022251  
1/2

Urtext

Fig. 1



A1376/99-1 002251  
212 Urtext

Fig. 2

